# IODINE-CONTAINING POLARIZING PLATE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

Patent number:

JP2002169024

Publication date:

2002-06-14

Inventor:

MATSUMOTO KOJI; HAYASHI SHIGETOSHI

Applicant:

SUMITOMO CHEMICAL CO

Classification:

- international:

G02B5/30; B29D11/00; B32B27/30; B29K29/00

- european:

Application number: JP20010141156 20010511

Priority number(s): JP20010141156 20010511; JP20000286895 20000921

Report a data error here

#### Abstract of JP2002169024

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polarizing plate capable of neutral-gray white display and black display and giving clear white display and high-contrast display and to provide a method for producing the polarizing plate. SOLUTION: The iodine-containing polarizing plate is obtained by sticking a protective film to at least one face of a uniaxially stretched polyvinyl alcohol resin film with absorbed and oriented iodine. The simplex transmittance of the polarizing plate is >=42.5% and the polarization of degree is >=99%. When a\* and b\* of a parallel hue obtained in accordance with JIS Z 8729 are represented by (parallel a\*) and (parallel b\*), respectively, and a\* and b\* of an orthogonal hue are represented by (orthogonal a\*) and (orthogonal b\*), respectively, the absolute value of a neutral coefficient Np calculated by the expression Np=&verbar &radic (parallel a\*) 2+(parallel b\*)2--&radic (orthogonal a\*)2+ (orthogonal b\*)2&verbar is in the range of 0-4 and the polarizing plate satisfies the expression &radic (parallel a\*)2+(parallel b\*)2 <45. In the method for producing the polarizing plate, conditions are set so as to satisfy those relations.

$$N_{p} = \sqrt{(\mathbb{F}_{a}^{*})^{2} + (\mathbb{F}_{b}^{*})^{2}} - \sqrt{(\mathbb{E}_{a}^{*})^{2} + (\mathbb{E}_{b}^{*})^{2}}$$
(1)

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# ⑿公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開 2 0 0 2 — 1 6 9 0 2 4 (P 2 0 0 2 — 1 6 9 0 2 4 A) (43)公開日 平成14年6月14日(2002. 6. 14)

(51) Int. CI.7 識別記号 G 0 2 B 5/30 B 2 9 D 11/00 B 3 2 B 27/30 1 0 2 // B 2 9 K 29:00	F I デーマコード (参考) G 0 2 B 5/30 2H049 B 2 9 D 11/00 4F100 B 3 2 B 27/30 1 0 2 4F213 B 2 9 K 29:00
審査請求 未請求 請求項の数9 01	(全9頁)
(21) 出願番号 特願2001-141156 (P2001-141156) (22) 出願日 平成13年5月11日 (2001. 5. 11)	(71)出願人 000002093 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
· (31) 優先権主張番号 特願2000-286895 (P2000-286895) (32) 優先日 平成12年9月21日 (2000. 9. 21)	(72)発明者 松元 浩二   高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株   式会社内
(33)優先権主張国 日本(JP)	(72)発明者 林 成年 高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株 式会社内
	(74)代理人 100093285 弁理士 久保山 隆 (外2名)
	最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】ヨウ素系偏光板及びその製造方法

# (57)【要約】

【課題】 よりニュートラルグレーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明るく、コントラストの高い表示が得られる偏光板を提供し、さらにはその製造方法を提供する。

【解決手段】 一軸延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面\*

\*に保護フィルムが貼合された偏光板であって、単体透過率が42.5%以上、偏光度が99%以上であり、そして JIS 28729に従って求められる平行色相のa\*及びb\*をそれぞれ( ${\rm Pa}^*$ )及び( ${\rm Pb}^*$ )とし、直交色相のa\*及びb\*をそれぞれ( ${\rm ina}^*$ )及び( ${\rm ina}^*$ )としたときに、これらの値から下式( ${\rm I}$ )

$$N_p = \left| \sqrt{(\Psi \, a^*)^2 + \, (\Psi \, b^*)^2} - \sqrt{(\bar{u} \, a^*)^2 + \, (\bar{u} \, b^*)^2} \right| \tag{I}$$

により計算されるニュートラル係数Np の絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式(II)

$$\sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} < 4.5$$
 (II)

を満たすヨウ素系偏光板が提供され、さらに、これらの 関係を満たすように条件を設定してヨウ素系偏光板を製 造する方法も提供される。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】一軸延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポ リビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に 保護フィルムが貼合されてなる偏光板であって、単体透 過率が42.5%以上であり、偏光度が99%以上であ \* \*り、そして JIS Z 8729に従って求められる平行色相の a\*及びb\*をそれぞれ(平a\*)及び(平b\*)とし、同 じく直交色相の a \*及び b \*をそれぞれ(直 a \*)及び (直b\*) としたときに、これらの値から下式(I)

$$N_p = \sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} - \sqrt{(\bar{u} a^*)^2 + (\bar{u} b^*)^2}$$
 (1)

により計算されるニュートラル係数Np の絶対値がO以 上4以下の範囲にあり、そして下式(11)

$$\sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} < 4.5$$

の関係を満たすことを特徴とするヨウ素系偏光板。

【請求項2】単体透過率が43.5%以上である請求項 1記載の偏光板。

【請求項3】偏光度が99.8%以上である請求項1又 は2記載の偏光板。

【請求項4】波長380mにおける単体透過率が1%以 下である請求項1~3のいずれかに記載の偏光板。

【請求項 5 】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムを一 軸延伸する工程、該ポリビニルアルコール系樹脂フィル 20 ムにヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着された該ポ リビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処※

※理する工程、該ホウ酸水溶液による処理後に水洗する工 程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向され 10 た一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少な くとも片面に接着剤を介して保護フィルムを貼合する工 程を包含する偏光板の製造方法であって、該ホウ酸水溶 液が、水100重量部に対してヨウ化カリウムを5重量 部以上含有し、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビ ニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合し て乾燥する際に、その乾燥時間の半分以上を70℃以下 の温度で行い、かつ、得られる偏光板につき、 JIS 28 729 に従って求められる平行色相の a\* 及びb\* をそれ ぞれ(平a\*)及び(平b\*)とし、同じく直交色相のa \*及びb\* をそれぞれ(直a\*)及び(直b\*)としたと きに、これらの値から下式(1)

$$N_p = \sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} - \sqrt{(\bar{u} a^*)^2 + (\bar{u} b^*)^2}$$
 (I)

により計算されるニュートラル係数Np の絶対値が0以 上4以下の範囲にあり、そして下式(II)

$$\sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} < 4.5$$

の関係を満たすように条件を設定することを特徴とす る、ヨウ素系偏光板の製造方法。

【請求項6】ホウ酸水溶液による処理が70℃以上の温 度で行われる請求項5記載の方法。

【請求項7】水洗が20℃以上の温度で行われる請求項 5 又は6記載の方法。

【請求項8】水洗後に乾燥する工程を包含し、その際の 温度が80℃以下である請求項5~7のいずれかに記載 の方法。

【請求項9】ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニ ルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する 際の乾燥が60秒以上かけて行われる請求項5~8のい ずれかに記載の方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ヨウ素が吸着配向 された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの 少なくとも片面に保護フィルムが貼合されてなるヨウ素 系偏光板及びその製造方法に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに

くとも片面に保護フィルムが貼り合わされた偏光板の形 態で、液晶表示装置用部材の一つとして用いられてい る。ところが、従来の偏光板を液晶表示装置、特に反射 型液晶表示装置に用いると、液晶表示画面の白表示が黄 色に着色して見えるという問題があった。かかる問題を 30 解決するために、例えば、特開平 8-304624 号公報など には、偏光板の透過スペクトルの形状を変えることによ り、画面の白表示の着色が抑えられることが報告されて いる。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記公 報に記載される偏光板は、一般に用いられている偏光板 と比較して偏光度が低く、また直交色相が青くなってし まう。したがって、このような偏光板を用いた液晶表示 画面は、コントラストが低く、また黒表示が青く着色し てしまうという不具合があった。さらに近年、各種反射 型液晶表示装置のカラー化が急ピッチで進行してきてお り、白表示も黒表示もニュートラルグレーで、かつ高コ ントラストの表示が可能な偏光板の開発が求められてい

【0004】そこで本発明者らは、よりニュートラルグ レーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明る く、コントラストの高い表示が得られる偏光板を開発す べく鋭意研究を行った結果、二色性物質としてヨウ素を 用いたヨウ素系偏光板に、平行色相と直交色相とから計 二色性物質が吸着配向された偏光フィルムは、通常少な 50 算されるニュートラル係数という概念を導入し、そのニ

ュートラル係数の絶対値が特定範囲内となるようにし、かつ単体透過率及び偏光度が特定値以上である偏光板が、目的とする性能を有することを見出し、本発明に至った。したがって本発明の目的は、よりニュートラルグレーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明るく、コントラストの高い表示が得られる偏光板を提供し、さらにはその製造方法を提供することにある。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、一軸\*

$$N_{p} = \sqrt{(\Psi a^{*})^{2} + (\Psi b^{*})^{2}} - \sqrt{(\bar{u} a^{*})^{2} + (\bar{u} b^{*})^{2}}$$
 (I)

【0007】により計算されるニュートラル係数Npの 絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式(II) 【0008】

$$\sqrt{(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2} < 4.5$$
 (II)

【0009】の関係を満たすヨウ素系偏光板を提供するものである。

【0010】また本発明によれば、ボリビニルアルコール系樹脂フィルムを一軸延伸する工程、そのポリビニル 20 アルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処理する工程、そのホウ酸水溶液による処理後に水洗する工程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムを貼合する工程を経て偏光板を製造するにあたり、上記のホウ酸水溶液が、水100重量部に対してヨウ化カリウムを5重量部以上含有し、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムを10された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際に70℃以下の温度で乾燥させ、かつ得られる偏光板が、0以上4以下の上記式(1)により計算されるニュートラル係数Npの絶対値

(I)により計算されるニュートラル係数Npの絶対値を有するとともに、上記式(II)の関係を満たすように条件を設定して、ヨウ素系偏光板を製造する方法も提供される。

# [0011]

【発明の実施の形態】本発明に係る偏光板は、一軸延伸されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着配向させたいわゆるヨウ素系偏光フィルムの少なくとも片面に、保護フィルムを貼合したものである。偏光フィルムを構成するポリビニルアルコール系樹脂は通常、ポリ酢酸ビニル系樹脂をケン化することにより得られる。ポリ酢酸ビニル系樹脂としては、酢酸ビニルの単独重合体であるポリ酢酸ビニルのほか、酢酸ビニル及びこれと共重合可能な他の単量体の共重合体などが例示される。酢酸ビニルに共重合される他の単量体としては、例えば、不飽和カルボン酸類、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸類などが挙げられる。ポリビニルアルコール系樹脂のケン化度は、通常85~10

\*延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に保護フィルムが貼合されてなる偏光板であって、単体透過率が42.5%以上であり、偏光度が99%以上であり、そして JIS 28729に従って求められる平行色相のa\*及びb\*をそれぞれ(平a\*)及び(平b\*)とし、直交色相のa\*及びb\*をそれぞれ(直a\*)及び(直b\*)としたときに、これらの値から下式(I)

[0006]

0モル%、好ましくは 9  $8 \sim 1$  0 0 モル%の範囲である。このポリビニルアルコール系樹脂はさらに変性されていてもよく、例えば、アルデヒド類で変性されたポリビニルホルマールやポリビニルアセタールなども使用し得る。ポリビニルアルコール系樹脂の重合度は、通常  $1,000\sim 10,000$  、好ましくは  $1,500\sim 10,000$  の範囲である。

【0012】ヨウ素系偏光板は通常、このようなポリビ ニルアルコール系樹脂フィルムを一軸延伸する工程、こ のポリビニルアルコール系樹脂フィルムをヨウ素で染色 して当該ヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着された ポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で 処理する工程、このホウ酸水溶液による処理後に水洗す る工程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向 された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの 少なくとも片面に保護フィルムを貼合する工程を経て、 製造される。一軸延伸は、ヨウ素染色の前に行ってもよ いし、ヨウ素染色と同時に行ってもよいし、ヨウ素染色 30\_ の後に行ってもよい。一軸延伸をヨウ素染色後に行う場 合には、この一軸延伸は、ホウ酸処理の前に行ってもよ いし、ホウ酸処理中に行ってもよい。またもちろん、こ れらの複数の段階で一軸延伸を行うことも可能である。 一軸延伸するには、周速の異なるロール間で一軸に延伸 してもよいし、熱ロールを用いて一軸に延伸してもよ い。また、大気中で延伸を行う乾式延伸であってもよい し、溶剤で膨潤した状態で延伸を行う湿式延伸であって もよい。延伸倍率は、通常4~8倍程度である。

【0013】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着配向させるためには、通常、ヨウ素及びヨウ化カリウムを含有する水溶液に、このポリビニルアルコール系樹脂フィルムを浸漬して染色する方法が採用される。この水溶液におけるヨウ素の含有量は通常、水100重量部あたり0.01~0.5重量部程度であり、ヨウ化カリウムの含有量は通常、水100重量部あたり0.5~10重量部程度である。この水溶液の温度は、通常20~40℃程度であり、また、この水溶液への浸漬時間は、通常30~300秒程度である。

【0014】ヨウ素染色後のホウ酸処理は、ヨウ素によ 50 り染色されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホ

ウ酸水溶液に浸漬することにより行われる。ホウ酸水溶液におけるホウ酸の含有量は通常、水 1 0 0 重量部あたり 2~1 5 重量部程度、好ましくは 5~1 2 重量部程度である。またこのホウ酸水溶液は、ヨウ化カリウムを含有するのが好ましい。ホウ酸水溶液への浸漬時間は、通常 1 0 0~1,200 秒程度、好ましくは 1 5 0~6 00 秒程度、さらに好ましくは 2 0 0~4 0 0 秒程度である。

【0015】ホウ酸処理後のポリビニルアルコール系樹脂フィルムは、通常、水洗処理される。水洗処理は、例えば、ホウ酸処理されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムを水に浸漬することにより行われる。水洗後は乾燥処理が施されて、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルム、すなわちョウ素系偏光フィルムが得られる。

【0016】かくして得られる偏光フィルムは、通常の 場合と同様、その片面又は両面に保護フィルムを積層し て、偏光板とされる。保護フィルムとしては、例えば、 トリアセチルセルロースやジアセチルセルロースのよう なセルロースアセテート樹脂フィルム、アクリル樹脂フ ィルム、ポリエステル樹脂フィルム、ポリアリレート樹 脂フィルム、ポリエーテルサルホン樹脂フィルム、ポリ ノルボルネン樹脂フィルムのような環状ポリオレフィン 樹脂フィルムなどが挙げられ、その厚みは、通常30~ 200μm 程度である。保護フィルムは、トリアゾール 系、ベンゾフェノン系などの紫外線吸収剤を含有してい てもよく、通常その添加量は、フィルム単体の波長38 0 nmにおける透過率が 1 0 %以下になる量である。紫外 線吸収剤が含まれていない保護フィルムを用いるほうが 本発明の偏光板を得やすいが、少なくとも液晶表示素子 のフロント偏光板として使用する用途には、紫外線吸収 剤入りの保護フィルムを用いるほうが好ましい。

【0017】偏光フィルムと保護フィルムの積層には通 常、透明で光学的に等方性の接着剤が用いられ、かかる 接着剤としては、例えば、ポリビニルアルコール系接着 剤が挙げられる。通常、接着剤は溶剤に溶解した状態で 使用されるので、偏光フィルムと保護フィルムを、接着 剤を介して貼合した後は、溶剤を除去するために乾燥を 行う必要がある。上記のポリビニルアルコール系接着剤 を用いる場合は通常、水又は、水と親水性有機溶媒との 混合液が溶剤となる。溶剤の除去は通常、熱風乾燥によ り行われるが、本発明の偏光板を得るためには、乾燥時 間の半分以上が70℃以下の温度となるようにするのが 好ましい。この範囲で、乾燥温度は低いほうが好ましい が、乾燥が十分でないと、接着剤中の溶剤が十分に蒸散 せず、後工程で不具合を生じることがあるため、乾燥直 後の偏光板の水分率が4重量%以下、好ましくは3.8 重量%以下となるように、乾燥炉の温度を選択するのが よい。乾燥は、単一の温度で行ってもよく、また温度の 異なる複数の乾燥炉を用いて行ってもよい。前者の場合 50 は、乾燥炉の温度を70℃以下に設定することになるが、後者の場合は、複数の乾燥炉を通過する合計時間のうち半分以上が70℃以下となる範囲で、他の乾燥炉の温度が70℃を超えていても差し支えない。乾燥時間は、通常 $20\sim1$ , 200 秒程度であり、複数の乾燥炉を通過させる場合は、その合計時間がこの範囲となるようにするのがよい。

【0018】かくして得られる偏光板は、その表面にハードコート層、反射防止層、防眩層などを有していてもよい。また通常は、上記偏光板の少なくとも片面に粘着剤が塗布されている。

【0019】このようにして、一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素が吸着配向され、その少なくとも片面に保護フィルムが貼合されたヨウ素系偏光板が得られるのであるが、本発明の偏光板は、42.5%以上の単体透過率及び99%以上の偏光度を有し、かつJIS 28729に従って求められる平行色相のa\*及びb\*並びに直交色相のa\*及びb\*から前記式(1)により計算されるニュートラル係数Npの絶対値が0以上4以下であり、そして平行色相のa\*(平a\*)及びb\*(平b\*)が前記式(II)の関係を満たすものである。表示を明るくするためには、単体透過率は43%以上、さらには43.5%以上であるのがより好ましい。また偏光度も、高ければ高いほど好ましく、99.5%以上、さらには99.8以上であるのがより好ましい。

【 0 0 2 0 】 さらに、本明細書でいう平行色相とは、 2 枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が同一となるように重ねた状態で自然光 (偏りのない光)をあてたときに得られる色相を意味し、また直交色相とは、 2 枚の偏光板をそ 30 れぞれの吸収軸が直交するように重ねた状態で、自然光 (偏りのない光)をあてたときに得られる色相を意味する。 L\*a\*b\* 表色系では、 a\* 及びb\* がそれぞれゼロに近いほど色相がニュートラルグレーとなる。なお、JIS 2 8729 に定める物体色の表示方法は、国際照明委員会 (Commission Internationale de l'Eclairage、略称 CIE)発行のPublication CIE No. 15.2 (1986)、COLORIMETRY、SECOND EDITION の 4. に定める物体色の表示方法に相当する。

【0021】そして、前記式(1)により計算されるニュートラル係数Npは、本発明者らによって導入された概念であるが、その絶対値が0以上4以下である偏光板を液晶表示装置に用いると、既存の偏光板を用いた場合に比べ、白表示及び黒表示ともにニュートラルグレーの色相となり、視認性が良好となる。式(1)から明らかなように、平行色相のa\*及びb\*(平a\*及び平b\*)並びに直交色相のa\*及びb\*(直a\*及び直b\*)がいずれも小さければ、ニュートラル係数Npの絶対値は小さくなるが、それ以外にも、例えば、平行色相のa\*(平a\*)の絶対値が、直交色相のa\*(直a\*)及びb\*(直b\*)のいずれか一方の絶対値に近く、かつ平行色相の

b\*(平b\*)が、直交色相のa\*(直a\*)及びb\*(直 b\*) のもう一方の絶対値に近い場合でも、ニュートラ ル係数Np の絶対値は小さくなる。このニュートラル係 数Np の絶対値は、小さければ小さいほど好ましく、例 えば、3以下、さらには2以下であるのが一層好まし

【0022】一般に、平行色相でも直交色相でも、a\* はゼロに近い値となりやすいが、b\*はその絶対値が変 動しやすい。そして、平行色相のb\*(平b\*)及び直交 色相のb\*(直b\*)がともにゼロに近いほど、ニュート ラルグレーな白表示及び黒表示が得られる。そこで、平 行色相のa\*(平a\*)と平行色相のb\*(直b\*)が前記 式 (II) の関係を満たすこと、すなわち [(平a\*)2+ (平b\*)2]0.5 の値を 4.5 より小さくすることが必要と なる。

【0023】本発明者らの調査によれば、現在市場で販 売されている偏光板は、式(I)により計算されるニュ ートラル係数Np の絶対値が、すべて4を超えるもので あった。そこで、ニュートラル係数Np の絶対値を4以 下とするためには、偏光板の製造にあたって特別の条件 20 設定が必要となる。具体的には、ヨウ素染色後のホウ酸 処理に用いるホウ酸水溶液にヨウ化カリウムを含有さ せ、その量を水100重量部あたり5重量部以上とし、 かつ、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアル コール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際に、 乾燥時間の半分以上が70℃以下の温度となるように乾 燥させるという条件が採用される。

【0024】これらの条件について説明すると、まず、 ヨウ素染色されたポリビニルアルコール系樹脂フィルム をホウ酸処理するにあたり、用いるホウ酸水溶液中にヨ ウ化カリウムを含有させ、その量を水100重量部に対 して5重量部以上とする。このホウ酸水溶液中のヨウ化 カリウムの量は、好ましくは5~20重量部程度であ り、さらには6重量部以上、また18重量部以下とする のが、より好ましい。ホウ酸水溶液中のヨウ化カリウム 濃度が低すぎると、得られる偏光板の直交色相がニュー トラルグレーとならない。

【0025】また、ニュートラル係数Np の絶対値が小 さい偏光板を製造するためには、ヨウ素が吸着配向され た一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルム(偏光 40 フィルム)と保護フィルムとを接着剤を介して貼合した 後の乾燥温度も重要であり、この際の温度があまり高く なると、平行色相のb\*(平b\*)の値が高くなりすぎ て、本発明の偏光板を得ることができなくなる。そこ で、保護フィルムを貼合した後の乾燥は、その乾燥時間 の少なくとも半分が70℃以下の温度となるようにして

【0026】このように、白表示及び黒表示がともにニ ュートラルグレーで、コントラストの高い表示が得られ るようにするためには、偏光板製造の際に上述の条件設 50 に、接着剤を介して保護フィルムを貼合する際には、先

定が必要となる。また、以上述べたようなホウ酸処理浴 の組成及び保護フィルムを貼合する際の乾燥条件が最も 重要ではあるが、これらの条件を満たせば必ずニュート ラル係数Np の絶対値が4以下になるとは限らないの で、通常はその他の条件も含めて、ニュートラル係数N p の絶対値が 0 以上 4 以下となり、 [(平 a\*)²+(平 b\*)2]<sup>0.5</sup> の値が4.5より小さくなるように設定され る。具体的には、以下に示す(1)~(4)のいずれか1又 は複数の条件を組み合わせて採用するのが好ましい。

【0027】(1) ヨウ素染色されたポリビニルアルコー ル系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処理する際の温度を 70℃以上とする。

- (2) ホウ酸水溶液による処理後の水洗を20℃以上の温 度で行う。
- (3) ホウ酸水溶液による処理後に水洗し、その後乾燥す る際の温度を80℃以下とする。
- (4) ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコ ール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際の乾燥 を、60秒以上行う。
- 【0028】これらの各処理の条件についてさらに詳し く述べると、ヨウ素染色後に行うホウ酸処理の温度も重 要であって、本発明の偏光板のように、透過率が42. 5%以上、好ましくは43%以上、さらに好ましくは4 3.5%以上で、また偏光度が99%以上、好ましくは 99.5%以上、さらに好ましくは99.8%以上であ り、高コントラストの偏光板を作製するためには、ホウ 酸水溶液の温度を70℃以上とするのが好ましい。この 温度は、より好ましくは71℃以上、また85℃以下で ある。
- 【0029】ホウ酸処理後の水洗は、20℃以上の温度 30. で行うのが適当であり、好適な水洗温度は、20~50 ℃程度である。この水洗は通常、前述したとおり、ホウ 酸処理されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムを水 に浸漬することにより行われるが、この際の浸漬時間 は、通常2~120秒である。最適な水洗条件は、水流 の強さなどにも影響されるので、本発明の偏光板を得る ためにはその都度最適化することが重要である。水洗温 度が高すぎたり、水流が強すぎたりして、水洗条件が強 くなると、偏光板の直交色相がニュートラルグレーにな らないし、一方、水洗温度が低すぎたり、水流が弱すぎ たりして、水洗条件が弱くなると、平行色相がニュート ラルグレーでなくなる。

【0030】水洗後は乾燥処理が施されるが、その際の 温度は、80℃以下とするのが適当であり、好ましくは 40~70℃である。乾燥温度が高いと、平行色相の値 がニュートラルグレーである偏光板が得られにくい。乾 燥処理の時間は、通常120~600秒程度である。

【0031】さらに、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸 ポリビニルアルコール系樹脂フィルム(偏光フィルム)

にも述べたとおり、通常は接着剤が溶剤に溶解した状態で使用されるので、接着剤を介して保護フィルムを貼合した後、溶剤を除去するための乾燥が施されるが、この際の乾燥時間を60 秒以上とするのが適当である。この乾燥時間は、一般には1,200 秒程度までで十分であり、好ましくは60~300 秒である。

【0032】本発明の偏光板を液晶表示素子のフロント 偏光板として使用する場合には、波長380 nmにおける 単体透過率が1%以下となるようにするのが好ましい。 例えば、前述したように、偏光フィルムの少なくとも片 面に積層される保護フィルムに紫外線吸収剤を含有させ ることによって、波長380nmにおける単体透過率を低 くすることができる。具体的には、紫外線吸収剤の存在 により保護フィルム単体の波長380mmにおける透過率 が10%以下のものを用いれば、かかる保護フィルム積 層後の偏光フィルムの波長380mmにおける単体透過率 を概ね1%以下とすることができる。一般に紫外線吸収 剤を含有する保護フィルムを用いると、得られる偏光板 の平行色相が黄色くなって、本発明で規定するニュート ラル係数Np の絶対値が大きくなりやすいが、所定の条 20 件を採用すれば、このような場合であっても十分に低い ニュートラル係数Np の絶対値を達成することができ

【0033】さて、前述のとおり、前記式(I)の基礎となる平行色相は、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が\*

\*同一となるように重ねた状態で自然光をあてたときの色相、また直交色相は、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が直交するように重ねた状態で自然光をあてたときの色相を意味するが、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が完全に同一となるように、あるいは、完全に直交するように重ねることは、軸の微調整が難しく、測定に時間がかかる等の問題があることから、実際は、1枚の偏光板に直線偏光をあてて分光透過率を測定し、その値から、JIS 2 8729 に従って平行色相及び直交色相を算出するのが通例である。

【0034】この場合の測定法について一例を説明すると、図1に模式的に示すような測定系で、光源(分光光度計)1からの特定波長 $\lambda$ の光が偏光プリズム2を通って直線偏光となり、この直線偏光が試料である偏光板3を通過した後の光を検出器4で検出し、偏光板3の分光透過率を測定することになる。そしてまず、1枚の偏光板に、その吸収軸と平行方向で波長 $\lambda$ の直線偏光をあて、そのときの分光透過率 $k_1(\lambda)$ を測定し、次に、その吸収軸と垂直方向で波長 $\lambda$ の直線偏光をあて、そのときの分光透過率 $k_2(\lambda)$ を測定する。これらの測定を、連続した波長領域について、又は所定の波長間隔で行い、これらの値から、各波長 $\lambda$ における平行分光透過率 $T_p(\lambda)$ 及び直交分光透過率 $T_c(\lambda)$ を、次式(III)及び(IV)により求める。

[0035]

$$Tp(\lambda)$$
(%) =  $\{\{(k_1(\lambda)(\%)/100)^2 + (k_2(\lambda)(\%)/100)^2\}/2\} \times 100$   
=  $\{\{k_1(\lambda)(\%)\}^2 + \{k_2(\lambda)(\%)\}^2\}/200$  (III)  
 $Tc(\lambda)$ (%) =  $\{\{(k_1(\lambda)(\%)/100) \times (k_2(\lambda)(\%)/100) + (k_2(\lambda)(\%)/100) \times (k_1(\lambda)(\%)/100)\}/2\} \times 100$   
=  $\{k_1(\lambda)(\%)\} \times \{k_2(\lambda)(\%)\}/100$  (IV)  
で得られる平行分光透過率 $Tp(\lambda)$   
 $Tc(\lambda)$  から、JIS Z 8729 に従っ  $Ty(\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot \tau(\lambda) \cdot d\lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot d\lambda} \times 100$ 

【0036】こうして得られる平行分光透過率 $Tp(\lambda)$ 及び直交分光透過率 $Tc(\lambda)$ から、JIS 28729に従って、それぞれ平行色相のa\*及びb\*、並びに直交色相のa\*及びb\*が計算される。

【0037】一方、偏光板の単体透過率Ty は、400~700nmの波長領域において、所定波長間隔  $d\lambda$ で、例えば 10nmおきに、分光透過率 $\tau(\lambda)$ を求め、それらから下式 (V) によって求めることができ、本発明では、こうして求められる単体透過率Ty が、42.5%以上、好ましくは 43%以上、さらに好ましくは 43.5%以上となるようにする。

[0038]

$$\tau(\lambda) = [\{k_1(\lambda)(\%)/100\} + \{k_2(\lambda)(\%)/100\}]/2$$
 (VI)

【0041】単体透過率Tyは、偏光板1枚の透過率を表し、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が同一となるように重ねたときの透過率を平行位透過率Tp、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が直交するように重ねたときの透過率を直交位透過率Tcと呼ぶ。 そして、平行位透

【0039】式中、 $P(\lambda)$ は標準光(C光源)の分光分布を表し、 $y(\lambda)$ は 2 度視野等色関数を表す。なお、波長  $\lambda$ における分光透過率  $\tau(\lambda)$ は、前述の偏光板にその吸収軸と平行な直線偏光をあてたときの分光透過率  $\kappa(\lambda)$  及び吸収軸と垂直な直線偏光をあてたときの分光透過率  $\kappa(\lambda)$  から、下式( $\kappa(\lambda)$ ) により求めることがで40 きる。

(V)

[0040]

過率Tp 及び直交位透過率Tc は、それぞれ、前記式(III) 及び式(IV) により求められる平行分光透過率Tp ( $\lambda$ ) 及び直交分光透過率Tc( $\lambda$ ) から、下式(VIII) 及び(VIII) により計算することができる。

[0042]

$$T_{p} (\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda)^{2} y(\lambda)^{2} \{T_{p}(\lambda)(\%)/100\}^{2} d\lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda)^{2} y(\lambda)^{2} d\lambda} \times 100$$
 (VII)

$$Tc (\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot \{Tc(\lambda)(\%) / 100\} \cdot d \lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot d \lambda} \times 100$$
 (YII)

【0043】 さらに、偏光度Py は、上記のようにして 求められる平行位透過率Tp 及び直交位透過率Tc から、下式 (IX) により求められるが、本発明では、この 偏光度が 99%以上、好ましくは <math>99.5%以上、さら に好ましくは 99.8%以上となるようにする。

#### [0044]

$$P_y (\%) = \sqrt{\frac{T_p - T_c}{T_p + T_c}} \times 100$$
 (IX)

【0045】通常は、前述した製造条件を適切に組み合わせることによって同時に、偏光板の単体透過率及び偏光度を、本発明で規定する値とすることができる。また偏光板の単体透過率や偏光度、さらには前述した式

(I) により計算されるニュートラル係数Np や式(II) の基礎となる  $[(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2]^{0.5}$ は、各種の条件によって変動し得るので、一般には、簡単な予備実験を行うことにより、本発明で規定する値が得られるように、条件を設定することができる。

#### [0046]

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によってなんら限定されるものではない。

【0047】以下の例では、偏光板の評価は次のように して行った。まず、市販の紫外可視分光光度計〔(株) 島津製作所製の"UV-2200"〕に偏光プリズムをセット し、直線偏光の透過率が測定できる装置とした。この測 定系は、先に説明した図1に示すような構成になってい る。そして、直線偏光と偏光板3の吸収軸が水平となる ように配置した場合及び垂直となるように配置した場合 のそれぞれの透過率、すなわち水平方向の分光透過率k <sub>1</sub>(λ) 及び垂直方向の分光透過率 k<sub>2</sub>(λ) を測定し、前 記式(V)、(VII)及び(VIII)により、単体透過率Ty 、平行位透過率Tp 及び直交位透過率Tc を算出し、 さらに前記式(IX)により偏光度Py を算出した。ま た、前記式(III) 及び式(VI)により求めた平行分光透 過率Tp(λ)及び直交分光透過率Tc(λ) から、平行色 相及び直交色相を JIS Z 8729 に従って計算し、その値 をL\*a\*b\* 色度座標で表示した。ニュートラル係数N p は、平行色相のa\*及びb\*(平a\*及び平b\*)と直交 色相のa\*及びb\*(直a\*及び直b\*)から、前記式 (I) により計算した。また、平行色相のa\*及びb \* (平a\*及び平b\*)から、前記式(II)の基礎となる  $[(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2]^{0.5}$  (=Aとする) を計算した。

びk<sub>2</sub>(3 8 0 nm) から、前記式 (VI) により算出した。 【0 0 4 8】実施例 I

10 染色浴及びホウ酸処理浴として、次のものを用意した。 【0049】染色浴: 水100重量部あたり、ヨウ素 を0.04重量部及びヨウ化カリウムを5重量部それぞ れ含有する水溶液。

ホウ酸処理浴: 水100重量部あたり、ホウ酸を9. 5重量部及びヨウ化カリウムを8重量部それぞれ含有する水溶液。

【0050】厚み $75\mu$ m、重合度2,400、ケン化度99.9%以上のポリビニルアルコールフィルムを乾式で延伸倍率5倍に一軸延伸し、緊張状態を保ったまま、温度280の上記染色浴に80秒間浸漬した。次いで、緊張状態に保ったまま、温度760の上記ホウ酸処理浴に240秒間浸漬した。ホウ酸処理終了後、350の純水で20秒間洗浄した。水洗後のフィルムを緊張状態に保ったまま、500で300秒間乾燥し、ヨウ素系偏光フィルムを得た。

【0051】一方、完全ケン化ポリビニルアルコールの 5%水溶液を接着剤とした。上で得られた偏光フィルム の両面にこの接着剤を塗布し、次いで、この接着剤が塗布された各面に、紫外線吸収剤を含有するトリアセチル 20 セルロース製で表面がケン化処理された厚み 8-0 μm の保護フィルム(富士写真フィルム株式会社製の"フジタック UV80")を貼合し、50℃で5分間乾燥して、偏光板とした。得られた偏光板の波長380 nmにおける透過率は、0.06%であった。この偏光板について、単体透過率Ty、偏光度Py、平行色相のL\*、a\*及び b\*、並びに直交色相のL\*、a\*及び b\*、並びに直交色相のL\*、a\*及び b\*、並びに直交色相のL\*、a\*及び b\*を求め、さらに それらから、ニュートラル係数Np 及び前記式(II)の 基礎となる [(平a\*)²+(平b\*)²]°.5(=A)を求め、その結果を表1に示した。

#### 10 【0052】実施例2

保護フィルムとして、紫外線吸収剤を含有しない厚み 5 0  $\mu$ m のトリアセチルセルロースフィルム(富士写真フィルム株式会社製の"フジタック SH50")を使用した以外は、実施例 1 と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長 3 8.7 6 %であった。この偏光板について実施例 1 と同様に評価し、その結果を表 1 に示した。

#### 【0.053】 実施例3

の単体透過率が43.0%程度になるまで添加した以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長380mにおける単体透過率は、0.11%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。

#### 【0054】比較例1

ľ

この例では、ホウ酸処理浴を以下の組成とした以外は、 実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。

【0055】ホウ酸処理浴: 水100重量部あたり、ホウ酸を9.5重量部及びヨウ化カリウムを2重量部それぞれ含有する水溶液。

【0056】得られた偏光板の波長380mmにおける単体透過率は、0.28%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。また、この例で得られた偏光板を反射型液晶表示装置に貼\*

\*り付けて観察したところ、実施例1又は実施例2の偏光 板を貼り付けたものに比較して、黒表示が青く着色して 見えた。

#### 【0057】比較例2

保護フィルムを貼合した後の乾燥温度を73℃とした以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長380mにおける単体透過率は、0.09%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。また、この例で得られた偏光板を反射型液晶表示装置に貼り付けて観察したところ、実施例1又は実施例2の偏光板を貼り付けたものに比較して、白表示が黄色く着色して見えた。

[0058]

# 【表1】

### 偏光板の光学特性

例 No.	Ту (%)	Py (%)	<u>平行色相</u>		<u>直交色相</u>			Νp	
			L* a*	b*	L.	a*	b*		
実施例1	44. 02	99. 89	68. 54 -1. 67	3. 51	0. 37	0. 69	-3. 40	0. 42	3. 9
実施例 2	43.89	99.89	68.38 -1.32	2. 66	0.39	0.49	-2. 79	0.14	3.0
実施例3	43. 27	99. 97	67. 60 -1. 66	2. 72	012	0. 62	-1.81	1. 27	3. 2
上較例 1	44. 35	99. 16	68. 76 -1. 62	2. 25	2. 98	9. 21	-26. 10	24. 9	2. 8
比較例 2	43.88	99. 95	68. 38 -2. 21	4.89	0.18	0.36	-1.63	3. 70	5. 4

Ty: 単体透過率、

Py: 偏光度、

Np: ニュートラル係数、

 $A = [(\Psi a^*)^2 + (\Psi b^*)^2]^{0.5}.$ 

#### [0059]

【発明の効果】本発明の偏光板を液晶表示装置に適用すると、白表示及び黒表示がともにニュートラルグレーの 色相となり、視認性が良好となる。また、白表示が明る く、コントラストの高い表示を達成することができる。

# 【図面の簡単な説明】

【図1】透過率の測定に用いる装置の一例を示す模式図

である。

【符号の説明】

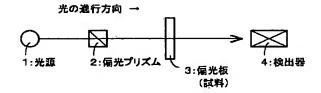
1 ……光源、

2……偏光プリズム、

3 …… 偏光板 (試料)、

4 ……検出器。

【図1】



# フロントページの続き

F ターム(参考) 2H049 BA25 BA27 BB23 BB28 BB33 BB43 BC03 BC22

4F100 AA36A AK21A AR00B BA02 CB00 EJ37 EJ91B GB90 JD14A JN10

4F213 AA19 AD05 AG01 AG03 AH73 WA10 WA15 WA53 WA85 WB01 WB22